

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



⑮ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 198 33 448 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**C 23 F 4/00**

②① Aktenzeichen: 198 33 448.6  
②② Anmeldetag: 24. 7. 1998  
④③ Offenlegungstag: 3. 2. 2000

**DE 198 33 448 A 1**

⑦① Anmelder:  
Siemens AG, 80333 München, DE

⑦② Erfinder:  
Fritsch, Elke, Dr., 81737 München, DE; Dehm,  
Christine, Dr., 81543 München, DE; Wendt,  
Hermann, Dr., 85630 Grasbrunn, DE; Weinrich,  
Volker, Dr., 81549 München, DE

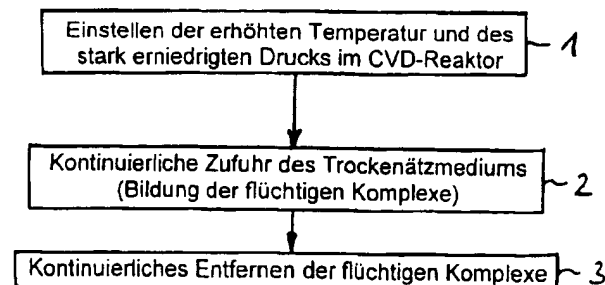
⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
US 57 82 986  
EP 07 01 274 A1  
CA Abstr. Nr.124-103092 (Thin Solid Films (1995),  
Vol.269 (1-2), S.51-56);  
CA Abstr. Nr.129-283980 (Proc.-Inst. Environ Sci.  
Technol. (1998), 44th (Contamination Control)  
S.80-86);

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verfahren zur Reinigung von CVD-Anlagen

⑤⑦ Es wird ein Reinigungsverfahren für CVD-Anlagen vorgeschlagen. Bei diesem Reinigungsverfahren werden erdalkalimetall- und/oder metallhaltige Prozeßrückstände, die einen amorphen Film auf Reaktorinnenwänden bilden, mit einem freie Diketone enthaltenden Trockenätzmedium bei stark vermindertem Druck und erhöhter Temperatur entfernt. Dabei reagieren die freien Diketone mit den Erdalkalimetall- bzw. Metallen zu flüchtigen Komplexen.



**DE 198 33 448 A 1**

Die Erfindung liegt auf dem Gebiet der Halbleitertechnologie und betrifft ein Verfahren zur Reinigung von CVD-Anlagen.

In Prozeßreaktoren zur Abscheidung von Oxidkeramiken auf Halbleitersubstraten werden neben den zu prozessierenden Substraten auch die Reaktorinnenwände mit Oxidkeramiken belegt. Infolge der Abscheidungsprozesse weisen die Reaktorinnenwände eine amorphe Schicht aus Metall- bzw. Erdalkalimetalloxiden, Hydroxiden, Carbonaten und organischen Precursor-Rückständen auf. Derartige Ablagerungen müssen in regelmäßigen Abständen zur Verhinderung von Substratverunreinigungen beseitigt werden.

Eine Möglichkeit zur Reinigung von Prozeßanlagen sind naßchemische bzw. mechanische Reinigungsverfahren. Hierzu muß jedoch der Reaktorraum zum Reinraum hin geöffnet werden, wodurch dieser verunreinigt werden kann. Außerdem werden diese Reinigungsverfahren in der Regel manuell unter großem Zeitaufwand durchgeführt.

Eine zweite Möglichkeit besteht in der Verwendung von Rückspütmethode, beispielsweise Argonsputtern. Bei diesem Verfahren werden infolge von Abschattungen jedoch nicht alle Bereiche der Reaktorinnenwände gereinigt. Außerdem führt das Rückspütmethode zu einem Angriff der üblicherweise aus Edelstahl bestehenden Reaktorinnenwände.

Es ist daher Aufgabe der Erfindung, ein Reinigungsverfahren zu benennen, das eine einfache Reinigung von CVD-Anlagen ermöglicht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren zur Reinigung von CVD-Anlagen, die für eine Abscheidung von Oxidkeramiken verwendet werden und deren einem Prozeßraum zugewandte Oberflächen mit erdalkalimetall- und/oder metallhaltigen Prozeßrückständen belegt sind, bei dem

- zur Reinigung ein freie Diketone enthaltendes Ätzmedium verwendet wird, das mit den Prozeßrückständen in Kontakt tritt, und
- die Diketone mit den Prozeßrückständen unter Bildung von Erdalkalimetall- bzw. Metallkomplexen reagieren.

Die metallhaltigen und insbesondere die erdalkalimetallhaltigen Prozeßrückstände werden durch die in ausreichender Konzentration vorliegenden und in der Regel ungebundenen Diketone angegriffen und bilden mit diesen flüchtige Erdalkalimetall- bzw. Metallkomplexe. Zur Unterstützung dieser Reaktionen wird das gasförmige Ätzmedium beispielsweise bei erhöhter Temperatur und stark vermindertem Druck in den Reaktorraum eingeleitet. Die zugeführte Menge und die Zufuhrate der Diketone richtet sich dabei nach der Größe des Reaktorraumes sowie der Menge der abzutragenden Prozeßrückstände. Vorzugsweise erfolgt das Einleiten des Ätzmediums in den Reaktorraum über die in den CVD-Anlagen bereits enthaltenen Zuführungssysteme. Diese umfassen beispielsweise Rohrleitungen zur Medienzufuhr sowie Einrichtungen zum Dispergieren beziehungsweise Verdampfen von Flüssigkeiten. Vorzugsweise werden die Diketone bei einer erhöhten Temperatur zugeführt, so daß diese gasförmig vorliegen. Auch bei Zufuhr in flüssiger Form liegen die Diketone dadurch bereits beim Kontakt mit den Prozeßrückständen gasförmig vor. Bevorzugt tritt das Ätzmedium bei gegenüber Standardnormalbedingungen stark vermindertem Druck und erhöhter Temperatur mit den Prozeßrückständen in Kontakt. Unter diesen Bedingungen sind die bei der erhöhten Temperatur aus den freien Diketonen und den Erdalkalimetallen bzw. Metallen gebildeten

Komplexe ebenfalls gasförmig und können rasch von den Reaktorinnenwänden sublimieren und dadurch leicht aus dem Reaktorinnenraum entfernt werden. Durch die gewählten Bedingungen (Druck, Temperatur) wird die Flüchtigkeit der gebildeten Komplexe gefördert. Standardnormalbedingungen entsprechen einem Druck von etwa  $10^5$  Pa und einer Temperatur von etwa  $20^\circ\text{C}$ .

Das erfindungsgemäße Reinigungsverfahren eignet sich vorteilhaft zur in-situ Reinigung von CVD-Anlagen, wodurch einerseits eine zügige Reinigung und andererseits eine verringerte Umweltbelastung erzielt wird. Weiterhin stellt sich bei Verwendung der in den CVD-Anlagen enthaltenen Zuführungssysteme bezüglich des Ätzmediums die gleiche räumliche Konzentrationsverteilung im Prozeßraum ein, wie sie auch während der Abscheidung von den abzuscheidenden Substanzen eingenommen wird. Sind einige Bereiche im Prozeßraum aufgrund ungleichmäßiger Verteilung der abzuscheidenden Substanzen stärker mit Ablagerungen belastet, so ist in diesen Bereichen auch die Konzentration des Ätzmittels erhöht. Dies führt vorteilhaft zu einer höheren Ätzrate in Bereichen mit stärkeren Ablagerungen. Im Gegensatz dazu lassen sich starke Überätzungen in weniger belasteten Bereichen weitestgehend ausschließen.

Die zu reinigenden Reaktorinnenwände bestehen üblicherweise aus Edelstahl oder anderen inerten Metalloberflächen. Mit dem erfindungsgemäßen Reinigungsverfahren lassen sich vorteilhaft metallhaltige bzw. erdalkalimetallhaltige Oxide, Hydroxide, Carbonate und Precursorrückstände von Oxidkeramikabscheidungen beseitigen.

Eine vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß sterisch anspruchsvolle und/oder fluorhaltige Diketone verwendet werden.

Als besonders vorteilhaft haben sich sterisch anspruchsvolle sowie fluorhaltige Diketone herausgestellt. Fluorhaltige Diketone weisen beispielsweise wegen ihrer hohen Flüchtigkeit hohe Ätzraten auf, wohingegen sterisch anspruchsvolle Diketone infolge ihrer Molekülstruktur die gebundenen Metalle durch sterische Abschirmung an einer Komplexbildung mit anderen Liganden hindern. Insbesondere durch die sterisch anspruchsvollen Diketone wird eine mehrfache Komplexbildung, die zu einer Oligomerisation und damit zur Bildung schwer flüchtiger Komplexe führt, verhindert.

Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß der stark verminderte Druck unterhalb von 2000 Pa, bevorzugt unterhalb von 200 Pa liegt.

Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß die erhöhte Temperatur zwischen  $200^\circ\text{C}$  und  $300^\circ\text{C}$  liegt, insbesondere zwischen  $230^\circ\text{C}$  und  $250^\circ\text{C}$  liegt.

Sehr gute Reinigungsergebnisse lassen sich bei einem Druck von etwa 200 Pa oder darunter erzielen. Zur weiteren Verbesserung der Reinigung wird bei einer Temperatur zwischen  $230^\circ\text{C}$  und  $250^\circ\text{C}$  gearbeitet. Diese Temperatur ist einerseits zur Bildung flüchtiger Metallkomplexe ausreichend, andererseits werden hierbei die Kammerwände sowie Dichtungsmittel zum Abdichten des Reaktorraums nur wenig belastet. Vorteilhaft ist weiterhin, daß die Reaktorinnenwände selbst durch die Diketone nicht angegriffen werden. Auch kann bei dem erfindungsgemäßen Reinigungsverfahren auf eine oxidierende Atmosphäre, die eine zusätzliche Belastung für die Reaktorinnenwände darstellt, verzichtet werden.

Bevorzugt werden der starke verminderte Druck und die erhöhte Temperatur während der gesamten Reinigung im wesentlichen konstant gehalten. Dadurch läßt sich eine gleichmäßige und kontinuierliche Reinigung erreichen. Bei

dem somit einstufigen Reinigungsverfahren wird das Ätzmedium kontinuierlich dem CVD-Reaktor zugeführt und die gebildeten flüchtigen Komplexe kontinuierlich aus diesem entfernt.

Weiterhin wird auch ein zweistufiger Prozeßablauf bevorzugt. Dabei ist das Verfahren dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Reinigungszyklus vorgesehen ist, bei dem

- das Ätzmedium bei einem ersten Druck und einer ersten Temperatur mit den Prozeßrückständen in Kontakt tritt;
- das Ätzmedium nachfolgend eine vorgegebene Zeit auf die Prozeßrückstände einwirkt und dabei die freien Diketone mit den Prozeßrückständen die Erdalkalimetall- bzw. Metallkomplexe bilden, wobei diese bei der ersten Temperatur und dem ersten Druck im wesentlichen noch auf der Oberfläche verbleiben; und
- anschließend die Erdalkalimetall- bzw. Metallkomplexe bei gegenüber Standardnormalbedingungen erhöhter Temperatur und stark vermindertem Druck von den Oberflächen entfernt werden.

Hierbei erweist es sich von Vorteil, daß das Ätzmedium auch bei einem höheren Druck, beispielsweise Standardnormaldruck, in den CVD-Reaktor eingeleitet wird. Dadurch liegen die freien Diketone gleichzeitig in höherer Konzentration vor und können während der vorgegebenen Zeitdauer, die zwischen wenigen Minuten bis zu einigen Stunden betragen kann, mit den Prozeßrückständen reagieren. Die Zeitdauer sollte bevorzugt so gewählt sein, daß weitestgehend alle Diketone mit den Prozeßrückständen reagieren. Durch diese Maßnahme wird die Reinigungsqualität erhöht und die Menge der benötigten Diketone vermindert. Nach Bildung der Metall- beziehungsweise Erdalkalimetallkomplexe wird die Temperatur erhöht und der Druck vermindert, so daß die Komplexe von den Oberflächen sublimieren und beispielsweise durch Abpumpen aus dem CVD-Reaktor entfernt werden können.

Bevorzugt wird dieser Reinigungszyklus mehrmals, insbesondere mindestens zweimal durchlaufen. Bedarfsweise ist es günstig, die Einwirkzeit der Diketone auf eine Zeitspanne zwischen 10 und 60 Minuten zu begrenzen.

Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß Hexafluoroacetylaceton und/oder Tetramethylheptandion als Diketone verwendet wird.

Sehr gute Reinigungsergebnisse werden mit Hexafluoroacetylaceton (Hhfac)  $F_3C-C(O)-CH_2-C(O)-CF_3$  bzw. Tetramethylheptandion (Hthd)  $(H_3C)_3C-C(O)-CH_2-C(O)-C(CH_3)_3$  erzielt. Diese Reagentien erweisen sich insbesondere zur Beseitigung von Barium- und Strontiumverbindungen von Vorteil.

Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration der Diketone in dem Ätzmedium so bemessen ist, daß eine Oligomerisation der flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe verhindert wird.

Ein Überschuß an freien Diketonen verhindert wirkungsvoll eine Oligomerisation der gebildeten Metallkomplexe. Eine erneute Ablagerung der gebildeten Metallkomplexe wird somit vermieden.

Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß das Ätzmedium Ammoniak oder Amine zur Verhinderung der Oligomerisation der flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe enthält.

Wesentlich einfacher und kostengünstiger läßt sich die Oligomerisation der flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe durch Zusatz von Ammoniak oder Aminen aus-

schließen. Ätzmittel, die Diketone und Ammoniak oder Amine enthalten, eignen sich auch hervorragend zum Reinigen anderer Substratoberflächen, z. B. von Halbleitermaterialien aus Silizium oder Siliziumdioxid. Versuche zeigten weiterhin, daß bei Anwesenheit von Ammoniak bessere Reinigungsergebnisse erreicht werden.

Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß das Ätzmedium Polyetherzusätze zum Stabilisieren der gebildeten flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe, insbesondere Tetraglyme,  $CH_3-O-(CH_2-CH_2-O)_4-CH_3$ , enthält.

Insbesondere Tetraglyme stabilisiert die gebildeten Metallkomplexe bei der erhöhten Temperatur und wirkt damit ebenfalls einer Oligomerisation entgegen.

Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß die flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe in einer Kühlfalle gebunden werden.

Die nach der Reinigung aus dem Reaktorinnenraum entfernten flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe können vorteilhaft in einer Kühlfalle angereichert werden. Dadurch werden sie einerseits aus der Abluft zur Verminderung einer Umweltbelastung entfernt und stehen andererseits für eine weitere Verwendung zur Verfügung. Geeignete Kühlfallen sind beispielsweise mit Wasser gekühlte Abscheideeinrichtungen.

Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß die während der Reinigung keine Komplexverbindung eingegangenen Diketone in einer methanolischen Lauge neutralisiert werden.

Überschüssige Diketone, die keine Komplexverbindung bei der Reinigung eingegangen sind, lassen sich in einer methanolischen Lauge, vorzugsweise in einer Kaliumlauge, neutralisieren. Auch hier wird einer Umweltverunreinigung vorgebeugt sowie eine Rückgewinnung der Diketone ermöglicht.

Eine weitere vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß die flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe zur Rückgewinnung von Ausgangsprodukten für die Oxidkeramikabscheidung verwendet werden.

Die nach der Reinigung in einer Kühlfalle oder einem anderen geeigneten Abscheidesystem gebundenen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe lassen sich vorteilhaft zur Rückgewinnung von Ausgangsprodukten für die Oxidkeramikabscheidung verwenden. Dazu werden die Komplexe in geeigneter Weise voneinander getrennt, angereichert und gereinigt. Dabei entstehen die sog. Precursor-Verbindungen, wie beispielsweise Diketonkomplexe mit Barium und Strontium. Da die Reinigung der Reaktorinnenwände im wesentlichen die Rückreaktion der Oxidkeramikabscheidung ausnutzt, sind die gebildeten flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe somit bereits die Ausgangsprodukte für die Oxidkeramikabscheidung, bzw. lassen sich leicht in diese überführen.

Bevorzugt wird ein Trockenätzmedium verwendet, d. h. das Ätzmedium liegt gasförmig vor.

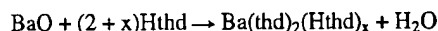
Im folgenden wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels mit zwei in Fig. 1 und 2 schematisch dargestellten Verfahrensabläufen erläutert.

Bei einer MOCVD-Anlage (Metallorganic Chemical Vapor Deposition), die zur Abscheidung von Perowskitkeramiken dient, hat sich nach mehreren Prozeßdurchläufen eine amorphe Schicht aus Precursor-Rückständen, Metalloxiden, Hydroxiden und Carbonaten an den Reaktorinnenwänden gebildet. Diese weder mechanisch noch chemisch stabile Schicht kann zu Verunreinigungen des zu prozessierenden Substrats führen und muß daher regelmäßig entfernt wer-

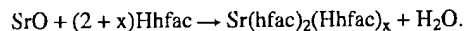
den. In den Ablagerungen sind beispielsweise strontium-, wismut-, tantal-, blei-, zircon- und titanhaltige Verbindungen enthalten. Im folgenden werden diese als Ablagerungen bezeichnet.

#### Beispiel 1 (Fig. 1)

Zum Beseitigen derartiger Ablagerungen wird der Prozeßreaktorraum auf einem Druck unterhalb 200 Pa evakuiert und die Reaktorwände auf eine Temperatur zwischen 230°C und 250°C erwärmt (1). Anschließend wird über eine Dispersioneinrichtung das Ätzmittel, das hier als Trockenätmittel vorliegt, in den Reaktorraum geleitet (2). Dieses Ätzmittel enthält Hexafluoroacetylaceton (Hhfac) oder Tetramethylheptandion (Hthd). Die Diketone sind in einem nichtpolaren Kohlenwasserstoff in einer Konzentration von etwa 0,5 Mol/l gelöst. Weiterhin ist in dem Ätzmedium Tetraglyme enthalten. Wahlweise kann auch Ammoniak über eine separate Gasleitung in den Reaktorraum eingeführt werden, wobei dies gleichzeitig mit den gelösten Diketonen erfolgen sollte. Dieses bei 230°C gasförmige Ätzmedium tritt mit den Ablagerungen in Kontakt und bildet dabei metallhaltige Komplexverbindungen. Als Beispiel ist die Reaktion von Bariumoxid mit Tetramethylheptandion dargestellt:



Strontiumoxid reagiert mit Hexafluoroacetylaceton gemäß:



Analoge Reaktionen gelten für andere Verbindungen von Barium, Strontium, Wismut, Tantal, Blei, Zircon und Titan.

Nach obiger Reaktion können die gebildeten Metallkomplexe leicht von den Reaktorinnenwänden sublimieren und werden aus dem Reaktorinnenraum durch ein Abluftsystem abgesaugt (3).

Bevorzugt erfolgt das Einleiten des Ätzmediums und das Absaugen der Metallkomplexe kontinuierlich. In einer nachgeschalteten Kühlfalle werden die Metallkomplexe aus dem Ätzmedium entfernt und in der Kühlfalle angereichert. Von dort können sie zur Rückgewinnung von Ausgangsprodukten für die Oxidkeramikabscheidung entnommen werden. Reine Diketone werden dagegen in einer methanolischen Kaliumlauge neutralisiert.

Zur Verhinderung einer Oligomerisation der gebildeten Metallkomplexe und deren Ablagerung auf den Reaktorinnenwänden ist dem Ätzmedium Ammoniak oder Tetraglyme beigesetzt. Die Verhinderung einer Oligomerisation erleichtert weiterhin die Rückgewinnung von Ausgangsprodukten aus den in der Kühlfalle gesammelten Metallkomplexen.

#### Beispiel 2 (Fig. 2)

Zur Reinigung einer CVD-Anlage wird in dieser ein erster Druck und eine erste Temperatur eingestellt (5). Bevorzugt wird bei Standardnormalbedingungen, das heißt etwa bei 20°C und 10<sup>5</sup> Pa, das Ätzmedium der CVD-Anlage zugeführt. Es erweist sich auch als günstig, die erste Temperatur zu erhöhen, um den Reinigungseffekt zu unterstützen. Beispielsweise kann die erste Temperatur auch bei 50°C bis 100°C, beziehungsweise sogar bei 200°C liegen. Weiterhin empfiehlt es sich, den ersten Druck innerhalb der CVD-Anlage gegenüber Standardnormalbedingungen leicht abzusinken, um vor der eigentlichen Reinigung durch ein teilweises Evakuieren der CVD-Anlage schwebende Partikel zu entfernen. Gegebenenfalls sollte vor der Reinigung die

CVD-Anlage mit einem Spülgas vorgereinigt werden.

Nach dem Einleiten des Ätzmediums sollte sich eine gewisse Einwirkzeit anschließen (6). Die dabei vorgegebene Zeit ist bevorzugt so bemessen, daß ein möglichst großer Anteil der Diketone und der Prozeßrückstände zu Metallbeziehungsweise Erdalkalimetallkomplexen umgesetzt werden kann. Beispielsweise nach 30 bis 60 Minuten wird die Temperatur der CVD-Anlage auf erhöhte Temperatur eingestellt (7). Bevorzugt erfolgt gleichzeitig das Entfernen der zuvor gebildeten und bei der erhöhten Temperatur flüchtigen Komplexe aus der CVD-Anlage. Dies geschieht durch Absaugen bei gleichzeitiger Erniedrigung des Drucks (8). Nach einem möglichst vollständigen Entfernen der Komplexe kann der Reinigungsprozeß bei Bedarf beliebige Male wiederholt werden. Gegebenenfalls schließt sich nach dem Absaugen noch ein Spülschritt an.

#### Patentsprüche

1. Verfahren zur Reinigung von CVD-Anlagen, die für eine Abscheidung von Oxidkeramiken verwendet werden und deren einem Prozeßraum zugewandte Oberflächen mit erdalkalimetall- und/oder metallhaltigen Prozeßrückständen belegt sind, bei dem
  - zur Reinigung ein freie Diketone enthaltendes Ätzmedium verwendet wird, das mit den Prozeßrückständen in Kontakt tritt, und
  - die Diketone mit den Prozeßrückständen unter Bildung von Erdalkalimetall- bzw. Metallkomplexen reagieren.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sterisch anspruchsvolle und/oder fluorhaltige Diketone verwendet werden.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß Hexafluoroacetylaceton und/oder Tetramethylheptandion als Diketone verwendet werden.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Ätzmedium bei gegenüber Standardnormalbedingungen stark vermindertem Druck und erhöhter Temperatur mit den Prozeßrückständen in Kontakt tritt und dabei flüchtige Erdalkalimetall- bzw. Metallkomplexe dabei gebildet werden.
5. Verfahren nach ein Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der stark verminderte Druck und die erhöhte Temperatur während der gesamten Reinigung im wesentlichen konstant gehalten werden.
6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß der stark verminderte Druck unterhalb 200 Pa liegt.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die erhöhte Temperatur zwischen 200°C und 300°C liegt.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die erhöhte Temperatur zwischen 230 und 250°C liegt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Reinigungszyklus vorgesehen ist, bei dem
  - das Ätzmedium bei einem ersten Druck und einer ersten Temperatur mit den Prozeßrückständen in Kontakt tritt;
  - das Ätzmedium nachfolgend eine vorgegebene Zeit auf die Prozeßrückstände einwirkt und dabei die freien Diketone mit den Prozeßrückständen die Erdalkalimetall- bzw. Metallkomplexe bilden, wobei diese bei der ersten Temperatur und dem ersten Druck im wesentlichen noch auf der Oberflä-

- che verbleiben; und
- anschließend die Erdalkalimetall- bzw. Metallkomplexe bei gegenüber Standardnormalbedingungen erhöhter Temperatur und stark vermindertem Druck von den Oberflächen entfernt werden. 5
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der erste Druck und die erste Temperatur etwa den Standardnormalbedingungen entsprechen.
  11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, daß der stark verminderte Druck unterhalb 200 Pa liegt. 10
  12. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die erhöhte Temperatur zwischen 200°C und 300°C liegt.
  13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die erhöhte Temperatur zwischen 230 und 250°C liegt. 15
  14. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens zwei Reinigungszyklen hintereinander durchlaufen werden. 20
  15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration der Diketone in dem Ätzmedium so bemessen ist, daß eine Oligomerisation der flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe verhindert wird. 25
  16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Ätzmedium Ammoniak oder Amine zur Verhinderung der Oligomerisation der flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe enthält. 30
  17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Ätzmedium Polyether-Zusätze oder Polyamin-Zusätze zum Stabilisieren der gebildeten flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe, insbesondere Tetraglyme, enthält. 35
  18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe in einer Kühlfalle gebunden werden.
  19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die während der Reinigung keine Komplexverbindung eingegangenen Diketone in einer methanolischen Lauge neutralisiert werden. 40
  20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die flüchtigen Erdalkalimetall- und Metallkomplexe zur Rückgewinnung von Ausgangsprodukten für die Oxidkeramikabscheidung verwendet werden. 45
  21. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Ätzmedium ein Trockenätzmedium ist. 50

---

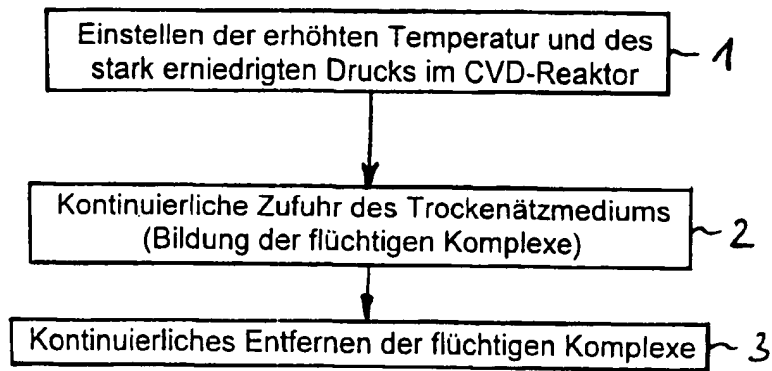
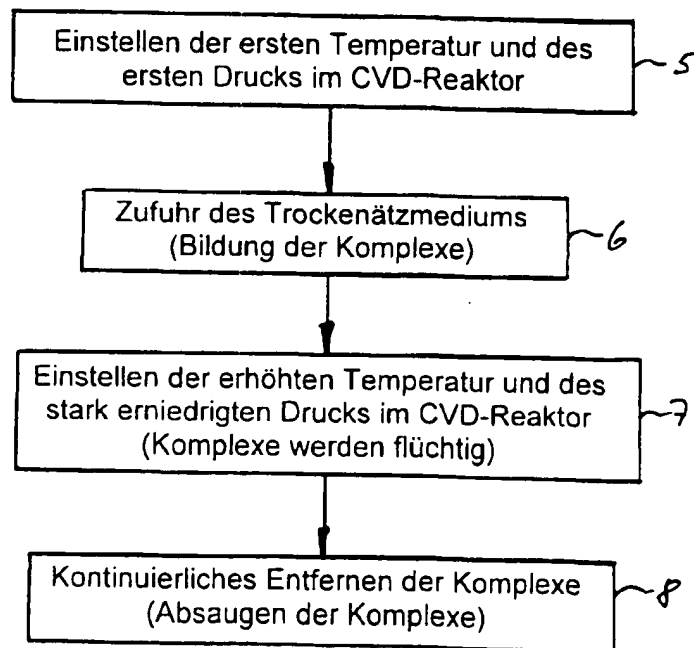
Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

---

55

60

65

**FIG. 1****FIG. 2**